



DEUTSCHES  
PATENTAMT

Offenlegungsschrift  
DE 3306373 A1

21 Aktenzeichen: P 33 06 373.7  
22 Anmeldetag: 24. 2. 83  
43 Offenlegungstag: 30. 8. 84

51 Int. Cl. 3:  
C08L 75/04  
C 08 K 5/29  
C 08 K 5/09  
C 08 K 5/42  
C 08 G 18/10  
C 09 D 3/72  
C 09 D 5/34  
C 09 J 3/16  
C 09 K 3/10

DE 3306373 A1

71 Anmelder:  
BASF AG, 6700 Ludwigshafen, DE

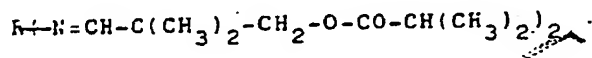
72 Erfinder:  
Buehtjer, Uwe, Dr., 6700 Ludwigshafen, DE; Horacek,  
Heinrich, Dr., 6710 Frankenthal, DE; Druschke,  
Wolfgang, Dr., 6716 Drimstein, DE; Franzmann,  
Gernot, Dr., 6719 Bobenheim, DE; Klahr, Erhard, Dr.,  
6700 Ludwigshafen, DE; Foerster, Hans-Juergen,  
Dr., 6712 Bobenheim-Roxheim, DE

BEST AVAILABLE COPY

54 Feuchtigkeithärtendes, lagerstables Einkomponenten-Polyurethansystem

Gegenstand der Erfindung sind feuchtigkeithärtende, lagerstabile Einkomponenten-Polyurethansysteme, die enthalten

- A) ein Polyurethan-Prepolymer mit einem NCO-Gehalt von 1 bis 5 Gew.-%,  
B) ein Dialdimin der Formel

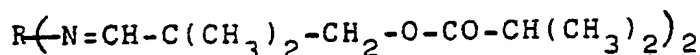


in der  
R einen Alkylrest mit 2 bis 10 C Atomen,  
einen Sauerstoff und/oder N-Alkylgruppe als Brückenglie-  
der enthaltenden Alkylrest mit 4 bis 10 C Atomen, einen  
Cycloalkylrest mit 6 bis 15 C-Atomen oder einen Arylrest  
mit 6 bis 21 C-Atomen bedeutet  
und  
C) eine aromatische und/oder aliphatische Carbonsäure  
oder Toluolsulfonsäure.  
Die Polyurethansysteme finden Anwendung als Beschich-  
tungs-, Überzugs-, Dichtungs-, Verguß-, Spachtel- und Ver-  
klebungsmassen.

Patentansprüche

1. Feuchtigkeitshärtendes, lagerstables Einkomponenten-  
-Polyurethansystem, enthaltend

- A) ein Polyurethan-Prepolymer mit einem NCO-Gehalt  
von 1 bis 5 Gew.-%,  
B) ein Dialdimin der Formel



in der

R einen Alkylenrest mit 2 bis 10 C-Atomen,

einen Sauerstoff und/oder N-Alkylgruppen als  
Brückenglieder enthaltenden Alkylenrest mit 2  
bis 10 C-Atomen,

einen Cycloalkylenrest mit 6 bis 15 C-Atomen  
oder

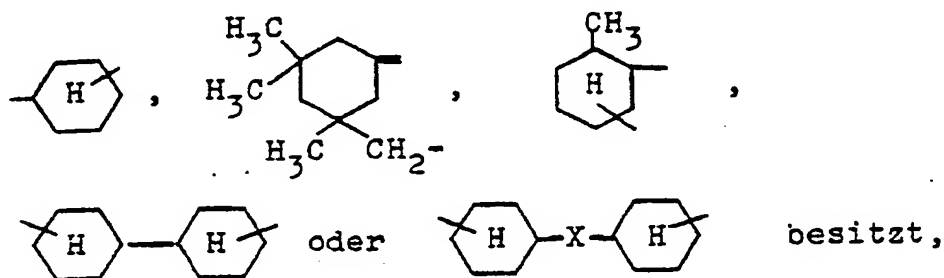
einen Arylenrest mit 6 bis 21 C-Atomen bedeutet

und

- C) eine aromatische und/oder aliphatische Carbon-  
säure oder Toluolsulfonsäure.

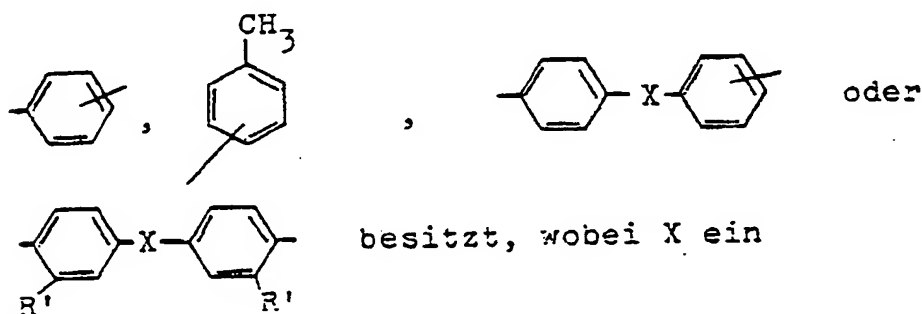
2. Feuchtigkeitshärtendes, lagerstables Einkomponenten-  
-Polyurethansystem nach Anspruch 1; dadurch gekenn-  
zeichnet, daß das Polyurethan-Prepolymer (A) herge-  
stellt wird durch Umsetzung eines Polyols mit  
einem aliphatischen und/oder cycloaliphatischen  
Polyisocyanat.

3. Feuchtigkeitshärtendes, lagerstabiles Einkomponenten-Polyurethansystem nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß der Cycloalkylenrest die Struktur



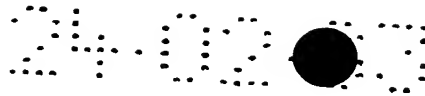
wobei X ein  $-\text{CH}_2-$ ,  $-\text{C}(\text{CH}_3)_2-$ ,  $-\text{O}-$ ,  $-\text{S}-$  oder  $-\text{SO}_2-$  Brückenglied bedeutet.

- 5 4. Feuchtigkeitshärtendes, lagerstabiles Einkomponenten-Polyurethansystem nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß der Arylenrest die Struktur



$-\text{CH}_2-$ ,  $-\text{C}(\text{CH}_3)_2-$ ,  $-\text{O}-$ ,  $-\text{S}-$  oder  $-\text{SO}_2-$  Brückenglied und  $\text{R}'$  einen linearen oder verzweigten Alkylrest mit 1 bis 3 C-Atomen bedeuten.

5. Verwendung der feuchtigkeitshärtenden, lagerstabilen Einkomponenten-Polyurethansysteme als Beschichtungs-, Überzugs-, Dichtungs-, Verguß-, Spachtel- und Verklebungsmassen.



Feuchtigkeitshärtendes, lagerstabiles  
Einkomponenten-Polyurethansystem

Die Verwendung von feuchtigkeitsempfindlichen Aminderi-  
5 vaten, wie z.B. Aldimine und Ketimine als latente Härter  
für Polyisocyanate ist bekannt. Die genannten Aminderivate  
bilden in Gegenwart von Feuchtigkeit freie Amine, die mit  
den Polyisocyanaten unter Bildung von Harnstoff- und  
Biuretgruppen reagieren.

10

Polyaldimine und Polyketimine sowie deren Verwendung in  
Mischungen mit Polyisocyanaten werden beispielsweise in den  
britischen Patentschriften 10 64 841 und 10 73 209, den  
US-Patentschriften 34 93 543 und 35 23 925 und der fran-  
15 zösischen Patentschrift 14 93 879 (GB-PS 1 125 836) be-  
schrieben. In den meisten Fällen ist jedoch die Lager-  
fähigkeit der genannten Verbindungen unbefriedigend.

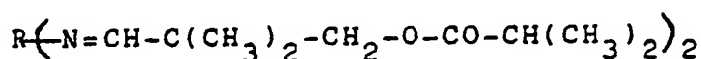
Die in der DE-AS 21 25 247 und DE-OS 26 51 479  
20 (GB-PS 1 575 666) beschriebenen Produkte weisen zwar  
Verbesserungen gegenüber den Verbindungen des Standes  
der Technik auf, ihre Lagerstabilität, insbesondere in  
Gegenwart von Säuren, ist für die Verwendung als Ein-  
komponenten-Polyurethansysteme jedoch immer noch unzu-  
25 reichend.

Aufgabe der vorliegenden Erfindung war es feuchtigkeits-  
härtende Einkomponenten Polyurethansysteme herzustellen,  
die in Gegenwart von Carbonsäuren oder Sulfonsäuren min-  
30 destens 6 Monate lagerstabil sind und trotzdem bei Kontakt  
mit Feuchtigkeit eine schnelle Hautbildung, möglichst  
innerhalb von 90 Minuten und eine schnelle Durchhärtung,  
möglichst ungefähr 1 mm/Tag, gewährleisten.

35

Gegenstand der Erfindung sind somit feuchtigkeitshärtende, lagerstabile Einkomponenten-Polyurethansysteme, die enthalten

- 5 A) ein Polyurethan-Prepolymer mit einem NCO-Gehalt von 1 bis 5 Gew.%,  
B) ein Dialdimin der Formel



in der

R einen Alkylenrest mit 2 bis 10 C-Atomen,

- 5 einen Sauerstoff und/oder N-Alkylgruppe als Brückenglieder enthaltenden Alkylenrest mit 4 bis 10 C-Atomen

10 einen Cycloalkylenrest mit 6 bis 15 C-Atomen oder

einen Arylenrest mit 6 bis 21 C-Atomen bedeutet

15 und

- C) eine aromatische und/oder aliphatische Carbonsäure oder Toluolsulfonsäure.

20 Überraschenderweise zeigte sich, daß Dialdimine der oben genannten Formel, die auch als Di-enamine vorliegen können, und durch Umsetzung von aliphatischen, cycloaliphatischen und/oder aromatischen Diaminen mit 3-(Isopropyl-carbonyl-oxy)-2,2-dimethyl-propanal hergestellt werden, insbesondere in Gegenwart von Polyurethan-Prepolymeren auf

35

"Basis von aliphatischen und/oder cycloaliphatischen Polyisocyanaten und Carbonsäuren oder Toluolsulfonsäure, die genannten Anforderungen erfüllen.

- 5 Zur Herstellung der erfindungsgemäßen feuchtigkeitshärtenden, lagerstabilen Einkomponenten-Polyurethansysteme eignen sich die folgenden Ausgangskomponenten:

- 10 A) Bei den Polyurethan-Prepolymeren handelt es sich um Umsetzungsprodukte von überschüssigen Mengen an organischen Polyisocyanaten mit Polyolen.

15 Als organische Polyisocyanate werden vorzugsweise aliphatische und/oder cycloaliphatische Diisocyanate verwendet. Im einzelnen seien beispielhaft genannt: aliphatische Diisocyanate wie Ethylen-, 1,4-Tetramethylen-, 1,6-Hexamethylen- und 1,12-Dodecandiisocyanat und cycloaliphatische Diisocyanate, wie Cyclohexan-1,3- und 1,4-diisocyanat sowie beliebige Gemische dieser Isomeren, 1-Isocyanato-3,3,5-trimethyl-5-isocyanatomethyl-cyclohexan, (IPDI) 2,4- und 2,6-Hexahydrotoluylen-diisocyanat sowie beliebige Gemische dieser Isomeren, 4,4'- und 2,4'-Diisocyanato-dicyclohexylmethan.

- 25 Besonders bewährt haben sich und daher vorzugsweise verwendet werden IPDI, 4,4'-Diisocyanato-dicyclohexylmethan und 1,6-Hexamethylen-diisocyanat sowie beliebige Gemische dieser Diisocyanate.

- 30 Als Reaktionspartner für die genannten Polyisocyanate zur Herstellung der Polyurethan-Prepolymeren kommen Polyole, vorzugsweise übliche lineare und/oder verzweigte Polyesterole und insbesondere Polyetherole mit Molekulargewichten von ca 200 bis 8000, vorzugsweise 800 bis 5000

und insbesondere 1800 bis 3500, in Betracht. Geeignet sind jedoch auch andere hydroxylgruppenhaltige Polymere mit den genannten Molekulargewichten, beispielsweise Polyesteramide, Polyacetale und Polycarbonate, insbesondere solche hergestellt aus Diphenylcarbonat und Hexandiol-1,6 durch Umesterung.

Die Polyesterole können beispielsweise aus Dicarbonsäuren, vorzugsweise aliphatischen Dicarbonsäuren, mit 2 bis 12, vorzugsweise 4 bis 8 Kohlenstoffatomen im Alkylenrest und mehrwertigen Alkoholen, vorzugsweise Diolen, hergestellt werden. Genannt seien beispielhaft aliphatische Dicarbonsäuren, wie Glutarsäure, Pimelinsäure, Korksäure, Azelainsäure, Sebacinsäure, Undecandisäure, Dodecandisäure und vorzugsweise Bernstein- und Adipinsäure, und aromatische Dicarbonsäuren, wie Phthalsäure und Terephthalsäure. Beispiele für zwei- und mehrwertige, insbesondere zwei- und dreiwertige Alkohole sind: Ethylenglykol, Diethylenglykol, 1,2- bzw. 1,3-Propylenglykol, Dipropylenglykol, Decandiol-1,10, Glycerin, Trimethylolpropan und vorzugsweise Butandiol-1,4 und Hexandiol-1,6.

Die Polyesterole besitzen Molekulargewichte von 300 bis 2 800, vorzugsweise von 300 bis 2 000, und Hydroxylzahlen von 30 bis 700, vorzugsweise von 50 bis 500.

Vorzugsweise als Polyole verwendet werden jedoch Polyetherole, die nach bekannten Verfahren aus einem oder mehreren Alkylenoxiden mit 2 bis 4 Kohlenstoffatomen im Alkylenrest und einem Startermolekül, das 2 bis 8, vorzugsweise 2 bis 4 aktive Wasserstoffatome enthält, hergestellt werden.

5 Geeignete Alkylenoxide sind beispielsweise Tetrahydrofuran, 1,3-Propylenoxid, 1,2- bzw. 2,3-Butylenoxid und vorzugsweise Ethylenoxid und 1,2-Propylenoxid. Die Alkylenoxide können einzeln, alternierend nacheinander oder als Mischungen verwendet werden.

10 Als Startermoleküle kommen beispielsweise in Betracht: Wasser, organische Dicarbonsäuren, wie z.B. Bernsteinsäure, Adipinsäure, Phthalsäure und Terephthalsäure und vorzugsweise mehrwertige, insbesondere zwei- und/oder dreiwertige Alkohole, wie z.B. Ethylen-, 1,2- und 1,3-Propylen-, Diethylen-, Dipropylen-, 1,4-Butylen-, 1,6-Hexamethylenglykol, Glycerin, Trimethylol-propan und Pentaerythrit.

15 Zu den Polyesteramiden zählen z.B. die aus mehrwertigen gesättigten und/oder ungesättigten Carbonsäuren bzw. deren Anhydriden und mehrwertigen gesättigten und/oder ungesättigten Aminoalkoholen, oder Mischungen aus mehrwertigen Alkoholen und Aminoalkoholen und/oder Polyaminen gewonnenen, vorwiegend linearen Kondensate.

20

25 Als Polyacetale kommen z.B. die aus Glykolen, wie Diethylenglykol, Triethylenglykol, 4,4'-Dioxethoxy-diphenyl-propan-2,2, Hexandiol und Formaldehyd herstellbaren Verbindungen in Frage. Auch durch Polymerisation cyclischer Acetale wie z.B. Trioxan lassen sich erfindungsgemäß geeignete Polyacetale herstellen.

30 Als Hydroxylgruppen aufweisende Polycarbonate kommen solche der an sich bekannten Art in Betracht, die z.B. durch Umsetzung von Diolen wie Propandiol-(1,3), Butandiol-(1,4) und/oder Hexandiol-(1,6), Diethylenglykol, Triethylenglykol, Tetraethylenglykol mit Diarylcarbo-

35

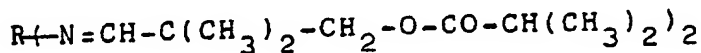


naten, z.B. Diphenylcarbonat oder Phosgen, hergestellt werden können.

Die Polyole können einzeln oder in Form von Mischungen verwendet werden. Zur Herstellung der Polyurethan-Prepolymeren können gegebenenfalls auch niedermolekulare Kettenverlängerungs- oder Vernetzungsmittel in einer Menge von 0 bis zu 100, vorzugsweise 20 bis zu 50 OH-Äquivalentprozent, bezogen auf die Gesamtmenge an Polyolen, mitverwendet werden. Als derartige Mittel kommen polyfunktionelle, insbesondere di- und/oder trifunktionelle Verbindungen mit Molekulargewichten von 18 bis 600, vorzugsweise 60 bis 300 in Betracht. Vorzugsweise verwendet werden aliphatische Diole und Triole mit 2 bis 6 Kohlenstoffatomen, wie Ethylen-, 1,4-Butylen-, 1,6-Hexamethylenglykol, Glyzerin und Trimethylolpropan.

Zur Herstellung der Polyurethan-Prepolymeren werden das Polyol oder die Polyolmischung und gegebenenfalls das Kettenverlängerungs- oder Vernetzungsmittel mit überschüssigem Polyisocyanat in an sich bekannter Weise in solchen Mengenverhältnissen zur Reaktion gebracht, daß die erhaltenen Polyurethan-Prepolymeren einen NCO-Gehalt von 1 bis 5, vorzugsweise 1 bis 3 Gew.% besitzen. Unter Polyurethan-Prepolymeren sind hierbei sowohl monomerenfreie Isocyanatgruppen aufweisende Prepolymere als auch deren Gemische mit überschüssigem monomerem Diisocyanat zu verstehen.

B) Wesentliches Merkmal der vorliegenden Erfindung ist die Verwendung von Dialdiminen der Formel



in der R die obengenannte Bedeutung besitzt.

Wie bereits dargelegt können die Dialdimine auch in der En-aminform vorliegen. Die Dialdimine können einzeln oder als Mischungen eingesetzt werden.

- 5 Zur Herstellung der Dialdimine werden die aliphatischen, cycloaliphatischen und/oder aromatischen Diamine mit einem Überschuß von 3-(Isopropyl-carbonyloxy)2,2-dimethylpropanal, vorzugsweise in einem -NH<sub>2</sub>/-CHO-Verhältnis von 1 : 1,01 bis 1 : 1,3, insbesondere von 1 : 1,05  
10 bis 1 : 1,1 versetzt und nach Zusatz eines geeigneten Lösungsmittels, beispielsweise Toluol, Benzol, Octan, Dichlorethan und vorzugsweise Heptan so lange in Gegenwart eines unter den Reaktionsbedingungen inerten Gasen am Wasserabscheider erhitzt, bis die Wasserabscheidung  
15 beendet ist. Üblicherweise sind hierzu Reaktionszeiten von 1 bis 10 Stunden erforderlich.

- Eine Reinigung des Dialdimines, beispielsweise durch Destillation, ist nicht unbedingt notwendig. Das  
20 Produkt kann nach Abdestillieren des überschüssigen 3-(Isopropyl-carbonyloxy)2,2-dimethylpropanal und des Lösungsmittels auch direkt verwendet werden.

- Zur Herstellung der Dialdimine eignen sich aliphatische Diamine mit 2 bis 10, vorzugsweise 2 bis  
25 6 C-Atomen, wie z.B. 1,4-Butylen-, 1,5-Pentamethylen-, 1,6-Hexamethylen-, 1,7-Heptamethylen-, 1,8-Octamethylen- und 1,10-Decamethylen-diamin. Bewährt haben sich ferner aliphatische Diamine mit 4 bis 10 C-Atomen, die  
30 als Brückenglieder Sauerstoffatome und/oder N-Alkylgruppen mit 1 bis 4 C-Atomen im Alkylrest gebunden enthalten, wie z.B. Di-(2-aminoethyl)ether, N-Methyl- bzw. N-Ethyl-diethylentriamin und 4,7-Dioxadecan-1,10-diamin. Als cycloaliphatische Diamine mit 6 bis 15, vorzugsweise  
35 6 bis 13 C-Atomen kommen z.B. in Betracht 1,2-, 1,3- und

1,4-Diaminocyclohexan und die entsprechenden Isomerengemische, 3-Aminomethyl-3,5,5-trimethylcyclohexylamin (IPDA), 2,4- und 2,6-Hexahydrotoluylen-diamin sowie beliebige Gemische dieser Isomeren, 2,2'-, 2,4'-, 4,4'-  
5 -Diamino-dicyclohexyl, 2,2'-, 2,4'- und 4,4'-Diamino-dicyclohexyl-methan, -propan-2,2, -ether, -sulfid und -sulfon sowie die entsprechenden Isomerengemische der einzelnen Verbindungsklassen.

Aromatische Diamine werden zweckmäßigerweise zur Herstellung der Dialdimine verwendet, wenn die erfindungsgemäßen feuchtigkeitshärtende, lagerstabile Einkomponenten-Systeme **Keine** große Beständigkeit gegen UV-Strahlung besitzen müssen. Als aromatische Diamine mit 6 bis 21, vorzugsweise 7 bis 13 C-Atomen seien beispielsweise genannt:  
1,3-, 1,4-Phenylendiamin, 2,4-, 2,6-Toluyldiamin, 4,4'-, 2,4'- und 2,2'-Diamino-diphenyl, 4,4'-, 2,4'- und 2,2'-Diamino-diphenyl-methan, -propan-2,2, -ether, -sulfid und -sulfon sowie die entsprechenden Isomeren-  
gemische der einzelnen Verbindungsklassen, 3,3'-Dimethyl-, 3,3'-Diethyl und 3,3'-Diisopropyl-4,4'-diamino-diphenyl-methan.

Besonders bewährt haben sich und daher vorzugsweise verwendet werden:  
5 1,6-Hexamethylen-diamin, 2,4- und 2,6-Hexahydrotoluylen-diamin und 4,4'-Diamino-dicyclohexylmethan.

C) Die erfindungsgemäß verwendbaren Dialdimine hydrolysieren in Gegenwart von Feuchtigkeit. Die Hydrolyse-Geschwindigkeit kann durch den Zusatz von organischen Carbonsäuren, beispielsweise aliphatischen und vorzugsweise aromatischen Carbonsäuren oder Toluolsulfonsäure beschleunigt werden. Beispielhaft genannt seien aliphatische Carbonsäuren, wie Ameisensäure, Essigsäure, Mono-, Di-

und Trichloressigsäure, Oxalsäure, Malonsäure, Maleinsäure und Fumarsäure und aromatische Carbonsäuren, wie Benzoesäure, Mono-, Di- und Trichlorbenzoesäure und Salicylsäure.

5

Vorzugsweise verwendet werden Benzoesäure und 2-Chlorbenzoesäure.

10

Den feuchtigkeitshärtenden, lagerstabilen Einkomponenten-Polyurethansystemen können ferner übliche höher siedende Lösungsmittel und Zusatzstoffe, wie z.B. Füllstoffe, Weichmacher, Pigmente, Ruße, Molekularsiebe, Thixotropierungsmittel, Alterungsschutzmittel u.a. einverleibt werden. Die vorteilhaften Eigenschaften werden dadurch

15

nicht beeinträchtigt.

Zur Herstellung der erfindungsgemäßen Einkomponenten-Polyurethansysteme werden das Polyurethan-Prepolymer (A) und das Dialdimin (B) bei Temperaturen von 20 bis 50°C unter Rühren in solchen Mengen gemischt, daß das Verhältnis von NCO- : Aldimingruppen ungefähr 1,3 : 1 bis

20

1 : 1, vorzugsweise ungefähr 1 : 1 beträgt. Vorteilhaft hat es sich erwiesen, wenn in der Mischung ein geringer Überschuß an NCO-Gruppen vorliegt.

25

Zu der Mischung fügt man anschließend bei Raumtemperatur pro 100 Gew.Teile der Komponenten A und B 0,1 bis 1, vorzugsweise 0,2 bis 0,6 Gewichtsteile einer aromatischen und/oder aliphatischen Carbonsäure oder Toluolsulfonsäure.

30

Die erfindungsgemäßen feuchtigkeitshärtenden Einkomponenten-Systeme sind unter Feuchtigkeitsausschluß mehr als 6 Monate lagerstabil. In Gegenwart von Feuchtigkeit erfolgt rasch eine Hautbildung und Durchhärtung. Die Produkte

35

finden Verwendung als Beschichtungs-, Überzugs-, Dichtungs-, Verguß-, Spachtel- und Verklebungsmassen.

5 Filme aus derartigen Massen zeichnen sich durch eine hohe Elastizität und Geruchsarmut aus.

Die in den Beispielen genannten Teile beziehen sich auf das Gewicht.

0 Beispiel 1

A) Herstellung des Polyurethan-Prepolymeren:

5 100 Gew.-Teile eines Polyetherols auf Basis 1,2-Propylenglykol/Propylenoxid mit einem Molekulargewicht von 2000 und 175 Gew.-Teile eines Polyetherols auf Basis Glycerin/Propylenoxid/Ethylenoxid mit einem Molekulargewicht von 4900 werden mit 39 Gew.-Teilen  
20 3-Isocyanatomethyl-3,5,5-trimethylcyclohexylisocyanat bei 70°C 3 Stunden lang gerührt. Danach läßt man unter Rühren abkühlen. Man erhält ein Polyurethan-Prepolymeres mit einem NCO-Gehalt von 2 % und einer Viskosität von 24 Pa.s.

25 B) Dialdimin aus 3-(Isopropyl-carbonyloxy)2,2-dimethyl-propanal und Hexamethylendiamin:

30 378 Gew.-Teile 3-(Isopropyl-carbonyloxy)2,2-dimethyl-propanal, 116 Gew.-Teile Hexamethylendiamin und 70 Gew.-Teile Heptan werden bei Raumtemperatur gemischt, in Gegenwart von Stickstoff eine Stunde bei 90°C kondensiert und danach an einem Wasserabscheider auf maximal 150°C erwärmt. Nach 3 Stunden waren 36 Gew.-Teile Wasser abgeschieden. Danach läßt

man abkühlen und destilliert unter einem Druck von  $\leq 10$  mbar und maximal  $150^{\circ}\text{C}$  den überschüssigen Aldehyd und das Lösungsmittel ab.

5 C) Herstellung des Einkomponenten-Polyurethansystems:

Das Polyurethan-Prepolymere (A) und das Dialdimin (B) werden unter Rühren bei Raumtemperatur im Gewichtsverhältnis 100 : 14,2 gemischt. Pro 100 Gew.-Teile der Mischung werden danach 0,5 Gew.-Teile Benzoesäure hinzugefügt.

Man erhält ein feuchtigkeitshärtendes Einkomponenten-Polyurethansystem mit folgenden Eigenschaften:

Lagerstabilität: > 1 Jahr  
Hautbildung: 30 Minuten  
Durchhärtung: 1 mm/20 Stunden

20 Beispiel 2

100 Gew.-Teile des Einkomponenten-Polyurethansystems nach Beispiel 1 werden gemischt mit 70 Gew.-Teilen Kreide und 170 Gew.-Teilen Diisodecylphthalat.

Das erhaltene feuchtigkeitshärtende Einkomponentensystem zeigte folgende Eigenschaften:

Lagerstabilität: > 1 Jahr  
30 Hautbildung: 45 Minuten  
Durchhärtung: 1 mm/17 Stunden

Vergleichsbeispiele I bis VII

Man verfährt analog den Angaben des Beispiels 1, verwendet jedoch anstelle von 3-(Isopropyl-carbonyl-oxy)2,2-dimethyl-propanal andere Aldehyde und Ketone in äquivalenten Mengen, so erhält man feuchtigkeits-härtende Einkomponenten-Polyurethansysteme mit den in Tabelle 1 genannten Eigenschaften:

10

15

20

25

30

35

Tabelle 1 Vergleichsbeispiele I - VII

Vergleichs- beispiel	Aldehyd/Keton	Lagerstabilität unter Luftausschluß	Hautbildung [min]
I	Valeraldehyd	nach 24 Stunden vernetzt	180
II	Diethylketon	nach 24 Stunden vernetzt	1
III	2-Methoxy-acetaldehyd	sofortige Vernetzung	-
IV	Acetoxypivalinaldehyd	nach 3 Wochen vernetzt	100
V	Isobutyraldehyd	nach 24 Stunden vernetzt	2
VI	Methylisopropylketon	nach 24 Stunden vernetzt	2
VII	Di-n-Propylketon	nach 24 Stunden vernetzt	2
	Beispiel 1	größer als 1 Jahr	30



Beispiel 3 bis 10

Verfährt man analog den Angaben des Beispiels 1, verwendet jedoch anstelle von Hexamethyldiamin andere Diamine in äquivalenten Mengen, so erhält man Dialdimine, welche nach (1C) mit einer äquivalenten Menge Polyurethan-Prepolymer (1A) zu einem feuchtigkeitshärtenden Einkomponenten-Polyurethansystem umgesetzt werden. Die Eigenschaften der erhaltenen Produkte sind in Tabelle 2 zusammengefaßt.

Tabelle 2

Bei- spiele	Diamin	Lagerstabilität des Einkomponenten-Polyurethansystems unter Feuchtigkeitsausschluß	Hautbildung [Min]
3	Ethylendiamin	größer als 1 Jahr	30
4	1,3-Propylendiamin	" " 1 "	30
5	1,4-Butylendiamin	" " 1 "	30
6	1,2-Propylendiamin	" " 1 "	30
7	3-Aminomethyl-3,5,5-trimethyl- cyclohexylamin	" " 1 "	75
8	1,2-Diamino-cyclohexan	" " 1 "	60
9	4,4'-Diamino-dicyclohexan	" " 1 "	60
10	4,4'-Diamino-diphenylmethan	" " 1 "	150

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning  
Operations and is not part of the Official Record**

**BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☐ BLACK BORDERS
- ☐ IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- ☒ FADED TEXT OR DRAWING
- ☒ BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING
- ☐ SKEWED/SLANTED IMAGES
- ☐ COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS
- ☐ GRAY SCALE DOCUMENTS
- ☒ LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT
- ☒ REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY
- ☐ OTHER: \_\_\_\_\_

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.**